

1/9/3

DIALOG(R) File 351: Derwent WPI  
(c) 2001 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

010330966

WPI Acc No: 1995-232658/199531

XRAM Acc No: C95-107420

**Felt free finishing of wool materials - uses a sensitising stage before the enzyme treatment**

Patent Assignee: SCHOELLER HARDTUM AG (SCHO-N)

Inventor: HAEFELY H; THIERSTEIN K

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
DE 4344428	A1	19950629	DE 4344428	A	19931224	199531 B

Priority Applications (No Type Date): DE 4344428 A 19931224

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
DE 4344428	A1		3	D06M-016/00	

Abstract (Basic): DE 4344428 A

To finish wool or wool fibres, without felting, the material is sensitised with a solution containing sulphide ions before the enzyme treatment.

ADVANTAGE - The pretreatment ensures that the woollen material is free of felting after the finishing process.

Dwg.0/0

Title Terms: FELT; FREE; FINISH; WOOL; MATERIAL; SENSITIVE; STAGE; ENZYME; TREAT

Derwent Class: A35; F06

International Patent Class (Main): D06M-016/00

International Patent Class (Additional): D06M-010/00; D06M-011/53

File Segment: CPI



18 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

12 **Offenlegungsschrift**  
10 **DE 43 44 428 A 1**

51 Int. Cl.<sup>8</sup>:  
**D 06 M 16/00**  
D 06 M 11/53  
D 06 M 10/00  
// D06M 101:12

21 Aktenzeichen: P 43 44 428.8  
22 Anmeldetag: 24. 12. 93  
43 Offenlegungstag: 29. 6. 95

DE 43 44 428 A 1

71 Anmelder:

Schoeller Hardturm AG, Zürich, CH

72 Vertreter:

Ruff, M., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Beier, J., Dipl.-Ing.;  
Schöndorf, J., Dipl.-Phys.; Mütschke, T.,  
Dipl.-Chem. Dr.rer.nat., Pat.-Anwältin, 70173 Stuttgart

72 Erfinder:

Haefely, Hans-Rudolf, Zürich, AT; Thierstein, Kurt,  
Zürich, AT

54 Verfahren zum Filzfrei-Ausrüsten von Wolle

57 Falls die Filzfrei-Ausrüstung von Wolle bzw. von Wollfasern durch Behandlung mit Enzymen erfolgt, wird vorzugsweise die Wolle bzw. die Wollfasern mittels einem Corona-Verfahren oder einem Plasma-Verfahren vorbehandelt. Ebenfalls vorteilhaft erwiesen hat sich die Sensibilisierung der Wolle bzw. der Wollfasern vor der Enzym-Behandlung mit einer wässrigen Lösung von Ammonsulfid oder einem Alkalisulfid.

DE 43 44 428 A 1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

BUNDESDRUCKEREI 05. 95 508 026/331

5/32

## Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft Verfahren zum weitgehend Filzfrei-Ausrüsten von Wolle oder Wollfasern durch Behandeln mit Enzymen bzw. Verfahren zur Vorbehandlung für das anschließende Behandeln mit Enzymen.

Für das Filzfrei-Ausrüsten von Wolle sind eine Reihe von Verfahren bekannt, wie unter anderem Chlorierung, Oxidation mit Permanganat und das sogenannte "Enzym-Verfahren". Dabei sei auf die deutsche Patentschrift 41 22 010, das europäische Patent 344 250 sowie auf einen Artikel von H.R. Haefely, Textilveredlung 24 (1989), 7/8, S. 271 — 276 verwiesen.

Damit Wolle entsprechend mit Proteasen oberflächlich, d. h. nur in den äußersten Schichten der Schuppen der Wollhaare effektiv behandelt werden kann, ist in jedem Fall eine Vorbehandlung der Wolle notwendig. Solche Vorbehandlungen können mittels Oxydationsmitteln wie Chlor, Aktiv-chlorhaltigen Substanzen, Caroscher Säure, Kalium-Permanganat, etc. durchgeführt werden. Entsprechend wird auch in den obengenannten Patentschriften in der Regel Chlorierung bzw. Oxidation mit Permanganat als chemische Vorbehandlungsschritte zur anschließenden Enzymbehandlung vorgeschlagen. In der Praxis hat es sich nun gezeigt, daß die vorgeschlagenen chemischen Vorbehandlungsmethoden offenbar nicht ausreichen, um mittels der nachfolgenden Enzymbehandlung gute Filzfrei-Eigenschaften in der Wolle bzw. den Wollfasern zu erhalten.

Es ist daher eine Aufgabe der vorliegenden Erfindung, eine Vorbehandlung der Wolle bzw. der Wollfasern vorzuschlagen, um mittels dem anschließenden an sich bekannten Enzymverfahren eine gute Filzfrei-Ausrüstung zu erhalten.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe mittels einem Verfahren, insbesondere nach Anspruch 1 oder nach Anspruch 4 gelöst.

Corona-Entladung zum Filzfrei-Ausrüsten von Wolle ist an sich ebenfalls bekannt und beispielsweise in einem Artikel von W.J. Thorsen und R.C. Landwehr, Textile Research Journal, August 1970, Seiten 688 — 695 beschrieben. Aus diesem Grunde kann auf die detaillierte Beschreibung der sogenannten Corona — Behandlung verzichtet werden.

Allerdings hat sich die Meinung, daß eine derartige Corona-Behandlung zum Filzfrei-Ausrüsten ausreicht, in der Praxis nicht bewährt. Hingegen wurde überraschenderweise festgestellt, daß sich nun diese Corona-Behandlung aber ausgezeichnet dazu eignet, um als Vorbehandlung der Wolle für die nachfolgende Enzymbehandlung angewendet zu werden.

Dasselbe trifft auf die Plasmapbehandlung zu, welche zum Beispiel in einem Artikel von W. Rakovski, Melliand Textilberichte 10/1989, Seite 780 — 785 ausführlich beschrieben ist. Auch dieses Verfahren ist im Zusammenhang mit der Filzfrei-Ausrüstung genannt worden, allerdings hat es sich in der Praxis ebenso wenig durchgesetzt wie das oben erwähnte Corona-Verfahren. Hingegen in Kombination mit dem Enzym-Verfahren können gute Resultate erzielt werden.

Diese vorgängige Vorbehandlung der Wolle bzw. der Wollfasern mittels Plasma- oder Corona-Verfahren zieht vorzugsweise eine schwach alkalische Spülung nach sich, wobei beispielsweise vorgeschlagen wird, eine Lösung von Ammoniumazetat und Ammoniak bei pH 8,0 — 9,0 dazu zu verwenden.

Im weiteren hat es sich als vorteilhaft erwiesen, die

Wolle bzw. Wollfasern vor der Enzymbehandlung zu sensibilisieren, was beispielsweise mit einer Sulfid-Ionen enthaltenden wäßrigen Lösung erfolgen kann. Dabei zeigten wäßrige Lösungen von Ammonsulfid oder von Alkalisulfiden wie insbesondere Natriumsulfid bei einem pH-Wert von ca. 6,0 — 9,0 vorzugsweise 7,0 — 8,0 ausgezeichnete Resultate.

Beispiel: Vorbehandlung eines Wollkammzuges für eine anschließende Filzfrei-Ausrüstung mittels Enzymbehandlung:

Ein Wollkammzugmuster wird in an sich bekannter Art und Weise entweder einer Corona- oder einer Plasma-Behandlung — unterworfen. Wie bereits vorab erwähnt, sind sowohl Corona-Behandlung wie Plasma-Behandlung bestens bekannt, weshalb auf eine detaillierte Beschreibung verzichtet werden kann.

Bei der Corona-Behandlung wird der Wollkammzug durch eine sogenannte Corona-Zelle, bestehend aus Elektrode und Gegenelektrode hindurchgeführt, welche Elektroden mit einem Hochspannungsgenerator verbunden sind.

Währenddem Corona-Behandlung bei Normaldruck erfolgt, wird Plasma-Behandlung in relativ hohem Vakuum durchgeführt, bei Drücken von 1 Torr oder weniger. Das Plasma zur Behandlung des Wollkammzuges erfolgt mittels eines elektromagnetischen Feldes, das von einem Hochfrequenzgenerator über einen Kopplungskreis zu den Elektroden zugeführt wird. Zur Erzeugung des Vakuums wird der der Betriebskammer zugeführte Wollkammzug vorzugsweise über mehrere Vorkammern geführt, um so stufenweise auf das Betriebsvakuum zu gelangen. Je nach verwendeter Wollqualität beträgt die Einwirkungszeit bei der Plasma-Behandlung zwischen 5 Sekunden und einer Minute, wobei die Behandlung nicht zu lange dauern darf, ansonsten mit Schädigung der Wollfasern zu rechnen ist.

Anschließend an die Corona-Behandlung bzw. die Plasma-Behandlung erfolgt die Benetzung und Spülung mit einer Ammoniaklösung, welche ausgehend von 5 g/l Ammonazetat und durch Zufügen von Ammoniak bis zur Erreichung eines pH-Wertes von 8,0 — 8,5 zubereitet wurde. Behandelt wird während ca. 5 Minuten bei 40°C. Anschließend erfolgt nun die Sensibilisierung des Wollkammzuges mit einer Lösung von 1,5 g/l Natriumsulfid bei einem pH-Wert von 7,5 bei 50°C während 40 Sekunden. Ohne Spülen wird der Wollkammzug getrocknet und anschließend auf einer Fouland die Enzym-Behandlung aufgebracht.

In der Praxis hat es sich nun gezeigt, daß insbesondere durch Zwischenschalten des Sensibilisierungsschrittes zwischen der Plasma-Behandlung bzw. der Corona-Behandlung einerseits und der Enzym-Behandlung andererseits ein hervorragender Filzfrei-Effekt erhalten werden kann. Dabei erfolgt diese Sensibilisierung vorzugsweise bei erhöhter Temperatur in einem Bereich von ca. 40 — 60°C während ca. 30 Sekunden bis zu 1 Minute. Bevorzugte Konzentrationen der Natriumsulfid-Lösung liegen in einem Bereich von ca. 0,5 — 3 g/l, während der pH-Wert vorzugsweise in einem Bereich von ca. 7,0 — 8,0 liegt.

Diese Sensibilisierung ist im übrigen auch vorteilhaft, wenn statt der Corona-Behandlung bzw. der Plasma-Behandlung eine Oxidation bzw. Reduktion der Wolle bzw. der Wollfasern vor der Enzym-Behandlung als Vorbehandlungsschritt durchgeführt wird. So hat es sich beispielsweise gezeigt, daß mit Permanganat behandelte Wolle bzw. Wollfasern wesentlich bessere Filzfrei-Ausrüstung mittels der anschließenden Enzym-Behandlung

lung ergibt, wenn die erfindungsgemäß beanspruchte Sensibilisierung dazwischen geschaltet wird. Dabei kann selbstverständlich anstelle des erwähnten Natriumsulfides auch Ammonsulfid oder Kaliumsulfid verwendet werden. Wesentlich ist im Prinzip, daß die Sensibilisierung mittels einer Lösung erfolgt, welche Sulfid-Ionen enthält.

Bei den obenerwähnten Angaben bezüglich Konzentration, Verweilzeit, pH-Bereich, Temperaturbereiche, usw. handelt es sich selbstverständlich nur um Beispiele, welche anhand von Optimierungsversuchen noch erweitert bzw. eingegrenzt werden können. Erfindungswesentlich ist einerseits, daß vor einer Enzym-Behandlung von Wolle bzw. Wollfasern zum Filzfrei-Ausrüsten eine Vorbehandlung durchgeführt wird, und zwar entweder eine Plasma-Behandlung oder eine sogenannte Corona-Behandlung, wie aus dem Stand der Technik bestens bekannt. In Kombination mit Corona-Behandlung oder Plasma-Behandlung bzw. ebenso in Kombination mit einer oxidativen Vorbehandlung der Wolle bzw. Wollfasern hat es sich weiter erfindungsgemäß als vorteilhaft erwiesen, Wolle bzw. Wollfasern vor der Enzym-Behandlung zu sensibilisieren. Eine derartige Sensibilisierung erfolgt vorzugsweise mittels einer Lösung, welche Sulfid-Ionen enthält.

nutzen, vorzugsweise 5 Minuten erfolgt.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zum weitgehendst Filzfrei-Ausrüsten von Wolle oder Wollfasern durch Behandeln mit Enzymen, dadurch gekennzeichnet, daß die Wolle oder die Wollfasern vor der Enzym-Behandlung mittels einer Lösung, welche Sulfid-Ionen enthält, sensibilisiert wird bzw. werden.
2. Verfahren, insbesondere nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Wolle oder die Wollfasern mit einer wäßrigen Lösung von einem Alkalisulfid oder Ammonsulfid vorzugsweise Natriumsulfid behandelt wird bzw. werden.
3. Verfahren, insbesondere nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Sensibilisierung in einer wäßrigen Lösung von ca. 1,0 — ca. 30 g/l, vorzugsweise ca. 15 g/l Natriumsulfid in einem pH-Bereich von 7,0 — 9,0, vorzugsweise ca. 7,5 — 8,0 bei erhöhter Temperatur in einem Bereich von ca. 40 — 60°C, vorzugsweise 50°C während ca. 30 — 60 Sekunden, vorzugsweise 40 Sekunden erfolgt.
4. Verfahren zum weitgehendst Filzfrei-Ausrüsten von Wolle oder Wollfasern durch Behandeln mit Enzymen, dadurch gekennzeichnet, daß die Wolle bzw. die Wollfasern vor der Enzym-Behandlung bzw. gegebenenfalls vor der Sensibilisierung mittels einem Corona-Verfahren oder einem Plasma-Verfahren vorbehandelt wird bzw. werden, wodurch die Wolle bzw. die Wollfasern an ihrer Oberfläche physikalisch und/oder chemisch aktiviert wird bzw. werden.
5. Verfahren, insbesondere nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Wolle bzw. die Wollfasern nach der Corona- oder Plasma-Behandlung mittels einer schwach alkalischen Lösung in einem Bereich von ca. pH 7,5 — 9,5 in leicht erhöhter Temperatur gespült wird bzw. werden.
6. Verfahren, insbesondere nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Spülung in einer Lösung von Ammonazetat und Ammoniak in einem pH-Bereich von ca. 8,0 — 9,0 während ca. 3 — 10 Mi-

- Leerseite -